

煙抑制剤



特許願

②特願昭46-9152

⑪特開昭47-21397

④公開昭47.(1972)10.3 (全3頁)

審査請求有

(2000頁)

昭和46年3月3日

特許庁長官

木 幸 敏

フリガナ
発明の名称

ヤンアミン ヤンアミン
硫酸亜鉛の製造法

フリガナ
発明者住所氏名

サイタマケンカワゴエシイリナカ
埼玉県川越市稲荷町16-14
ニ 田 村
ツ 野
ヤ 野

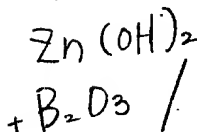
特許出願人

〒100
東京都千代田区有楽町1丁目5番地
(434) 日本油脂株式会社
代表者 村 田

添付書類の目録

(1) 明 細 書
(2) 図 面

/ 通
/ 通



⑬ 日本国特許庁

公開特許公報

庁内整理番号

6579 41

⑤日本分類

15 J2

明 細 書

1 発明の名称 硫酸亜鉛の製造方法

2 特許請求の範囲

(20~21) ZnO , $3B_2O_3$, (3.5±
0.2) H_2O の組成を持つ硫酸亜鉛の製造にお
いて、水酸化亜鉛と硫酸またはメタ硫酸を使用
して、反応媒体に水または非水溶液を使用し、
100~260℃で反応させることを特徴とする
硫酸亜鉛の製造方法。

3 発明の詳細な説明

硫酸亜鉛の従来品は結晶水を0, 7, 9,
10モル含有するものが通常であるが、本発明
は結晶水を3.5±0.2モル含有する硫酸亜鉛の改
良された製造方法に関するものである。

さらに、くわしくは(20~21) ZnO ,
 $3B_2O_3$, (3.5±0.2) H_2O の組成を持つ
硫酸亜鉛を製造する方法であつて、亜鉛化合物
として水酸化亜鉛を使用することにより、従来

の製造方法に比してきわめて簡単、かつ、短時
間で安定した硫酸亜鉛が得られる新規な製造方
法を提供するものである。

硫酸亜鉛を樹脂に配合して防炎組成物として
使用する技術は公知であるが、従来の2 ZnO ,
 $4B_2O_3$, 10 H_2O または3 ZnO , $3B_2O_3$,
7 H_2O 等の組成を有する硫酸亜鉛は200℃以
下の温度で結晶水が失われる。

したがつて、防炎剤として樹脂に配合して使
用する場合は、その成型加工時の高温により結
晶水が脱離し、樹脂が発泡するため作業性が悪
く、成型品の仕上りに悪影響を及ぼし、かつ、
防炎効果が悪化する等の著しい難点を生じてい
た。

また、結晶水の少ない硫酸亜鉛、すなわち、
2 ZnO , $3B_2O_3$, 3.5 H_2O の組成を有するも
のは熱安定性も良く、防炎剤としてもすぐれて
いることは知られていたが、硫酸亜鉛、塩化亜
鉛と、硫酸、硼砂もしくは酸化亜鉛と硫酸とを

硫酸溶液中で反応させる等の操作が含まれるため、菌生物としての食塩等と過剰硫酸の分離に困難な問題があり、また、反応時間も24~32 時間と長時間を要している。その上更に硫酸(または塩酸)の酸性による結晶の腐食等の好ましくない欠点があつた。

本発明は、従来のかかる欠点を除去した新しい製造方法を提供するもので、硫酸化合物として水酸化亜鉛を、硫酸化合物として硫酸またはメタ硫酸を使用し、水または非水溶液を反応媒体とし、100~260℃で反応させることを特徴とするものである。

この場合、硫酸の代りに過硫酸、メタ硫酸の代りにメタ硫酸ソーダーが使用できる。

本方法は、水酸化亜鉛、硫酸等を水または有機溶媒中で脱水により合成するものであり、従つて反応系内の硫酸濃度を大きくすることができ、更に反応温度を上げることにより反応速度は増大し、10時間で充分かつ安全に終結し得

- 3 -

終し、110℃にて乾燥すると、分析結果
 $38.0\% \text{ ZnO}$, $47.3\% \text{ B}_2\text{O}_3$, $14.7\% \text{ H}_2\text{O}$ で、実験式 2.06 ZnO , $3 \text{ B}_2\text{O}_3$, $3.6 / \text{H}_2\text{O}$ を与える硫酸亜鉛の結晶110℃を得た。結晶粒度は4~10ミクロン、比重は2.654であつた。

実施例2

水酸化亜鉛50g、硫酸494g、水2500ccに^{1字}硫酸-1より得た硫酸亜鉛5g^{2字}を結晶核として加え、例1同様反応を行なうと、10時間にて実験式 $2.0 / \text{ZnO}$, $3 \text{ B}_2\text{O}_3$, $2.5 \text{ H}_2\text{O}$ なる結晶114gを得た。

実施例3

例2の溶液に水酸化亜鉛50g、硫酸124g、硫酸亜鉛5gを混合し、例1同様10時間反応を行なうと、実験式 $2.0 / \text{ZnO}$, $3 \text{ B}_2\text{O}_3$, $2.5 \text{ H}_2\text{O}$ なる結晶114.5gを得た。

実施例4

水酸化亜鉛25g、メタ硫酸355g、トル

- 5 -

エンものである。

また、脱水反応であるため菌生物はなく、早に識別することにより、純粋な(20~21) ZnO , $3 \text{ B}_2\text{O}_3$, $(2.5 \pm 0.2) \text{ H}_2\text{O}$ の組成を有する硫酸亜鉛が得られるとともに、実施例3に示すとおり、一旦使用した溶液過剰硫酸等を繰返し使用できる等、工業上の利点も持つている。

このようにして得られた製品は粒子径が4~10ミクロンと非常に細かく、かつ、260℃内外で起る分解の欠点も全く認められない非常にすぐれた防炎添加物としての硫酸亜鉛が得られた。

以下本発明を実施例によつて説明する。

実施例1

水酸化亜鉛50g、硫酸494g、水2500ccを混合し、冷却管を挿入、攪拌しながら103~110℃にて10時間反応を行ない、反応液を濾過し、結晶を温水にて洗

- 4 -

エン400ccを混合し、これに硫酸亜鉛を結晶核として6.2gを加え、冷却管を挿入、1時間濾過を行なう。この時あらかじめ液温が100℃以上になるよう、(1)トルエン-水との量を調節してかくか、(2)共沸にて一度過剰な水を系外に取り出し、結晶水として必要な理論量より多少過剰なる水を再度加えるか、(3)110℃±5℃範囲内の液温にて濾過させる。その後濾過させながら2.5時間反応を続行する。

濾別後、結晶を温水、アセトン洗浄後、更に温水で洗浄し乾燥すると実験式 2.06 ZnO , $3 \text{ B}_2\text{O}_3$, $3.6 / \text{H}_2\text{O}$ なる結晶62.5gを得た。

K 図面の簡単な説明

図面は、本発明の方法で製造した硫酸亜鉛結晶の重量変化を示すグラフである。

- 6 -

特許出願人

東京 千代田区有楽町ノ丁目ノ番地

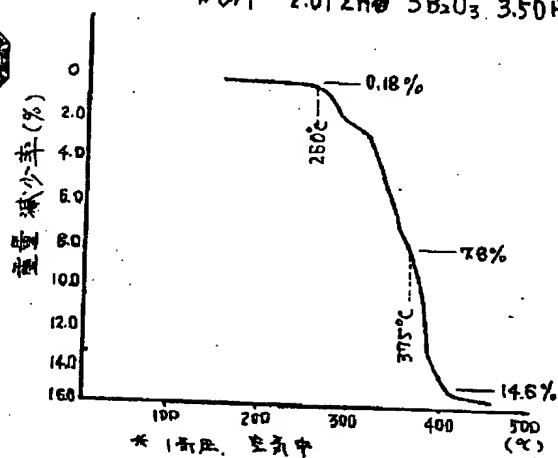
(434) 日本油脂株式会社

代表取締役社長 村田



特開 昭47-21397 (3)

表1-硼酸亜鉛結晶の重量変化
試料 2.01ZnO $3\text{B}_2\text{O}_3$ $3.50\text{H}_2\text{O}$



- 7 -

東京 千代田区有楽町ノ丁目ノ番地

特許出願人 日本油脂株式会社

代表取締役社長 村田

